

EKSPERIMEN SINTESIS POLIPIRROL DENGAN METODE GALVANOSTATIK

oleh : Anwar

Jurusan Fisika FMIPA UGM

ABSTRAK

Telah dilakukan eksperimen sintesis film polipirrol dengan metode elektrokimia galvanostatik. Eksperimen tersebut menggunakan pelarut asetonitril dan elektrolit tetraetilammonium tetrafluoroborat (Et_4NBF_4).

Film polipirrol yang diperoleh memiliki konduktivitas maksimum pada ketebalan 11,1 μm dan menunjukkan sifat ohmik yang baik.

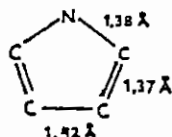
ABSTRACT

An experiment of the galvanostatical synthesis of polypyrrole films has been performed. In his experiment, acetonitrile and tetraethylammonium tetrafluoroborate (Et_4NBF_4) was used as solvent and electrolyte respectively.

Maximum electrical conductivity of polypyrrole films was obtained on 11.1 μm thickness and showed an exact ohmic character.

I. PENDAHULUAN

Pirrol dengan komposisi kimia $\text{C}_4\text{H}_5\text{N}$, termasuk senyawa aromatis dengan bentuk molekul heterosiklik lima sisi dan struktur cincin yang planar (gambar 1) (Ford, 1982), yang melalui polimerisasi kimia (Dall'Olio, 1968) atau elektrokimia (Diaz, 1979) akan menghasilkan polipirrol.



Gambar 1. Struktur pirrol.

Oksidasi pada polipirrol, yang tergolong polimer organik terkonjugasi, sehingga membuka ikatan rangkap duanya akan membentuk suatu radikal dan muatan positif pada rantai polipirrol. Muatan positif itu dinetralisasi dengan penggabungan anion, yang berasal dari elektrolit di dalam larutan, kedalam pembentukan polipirrol. Anion itu dinamakan dopan dan prosesnya dinamakan proses doping. Bukan seperti umumnya polimer yang merupakan isolator, polimer organik terkonjugasi yang mengandung dopan menunjukkan sifat sebagai polimer konduktif.

Polimer konduktif mendapat perhatian besar sebagai material elektronik yang baru, karena proses pembuatan dan pengendaliannya yang mudah, ringan, serta memiliki daerah konduktivitas listrik yang lebar (Roth, 1991). Dan polipirrol adalah salah satu polimer konduktif yang mendapat perhatian karena relatif stabil di udara, mempunyai konduktivitas yang tinggi, sifat mekanis yang baik, dan aplikasi yang luas (Naarman, 1991).

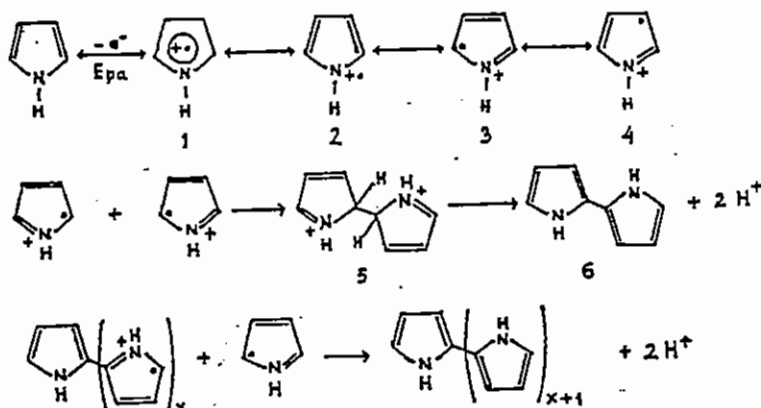
Disini kami laporkan proses polimerisasi pirrol secara galvanostatik dengan pelarut asetonitril dan dopan anion BF_4^- .

II. MEKANISME POLIMERISASI

Sintesis polipirrol yang dilakukan dengan metode galvanostatik meliputi proses polimerisasi dan proses doping yang terjadi bersamaan di dalam sel elektrokimia yang terdiri dari anoda dan katoda yang paralel dan berisi larutan monomer dan elektrolit.

Proses polimerisasi pirrol adalah polimerisasi anodik, yaitu pembentukan polimer yang terjadi melalui reaksi oksidasi dan kopling kation radikal pada permukaan anoda.

Mekanisme polimerisasi pirrol dengan metode elektrokimia dibagi menjadi tiga tahapan reaksi (gambar 2) (Deronzier, 1989). Reaksi (1) adalah reaksi oksidasi membentuk kation radikal monomer pirrol yang mempunyai tiga bentuk resonansi. Dengan menggunakan hasil perhitungan orbital molekular INDO (Intermediate Neglect of Differential Overlap) diperoleh distribusi kerapatan elektron yang tak berpasangan terbesar, yaitu posisi yang paling reaktif, terletak pada posisi α (Waltman, 1986). Sehingga yang berperan dalam reaksi kopling adalah kation radikal pirrol bentuk 3. Reaksi (2) adalah kopling kation radikal membentuk dihidro-dimer pirrol (5), dan kemudian diikuti proses aromatisasi dengan melepas dua proton membentuk dimer pirrol (6). Reaksi (3) adalah pemanjangan rantai polipirrol yang dapat dipandang sebagai reaksi dimerisasi antara kation radikal oligomer dengan kation radikal monomer.



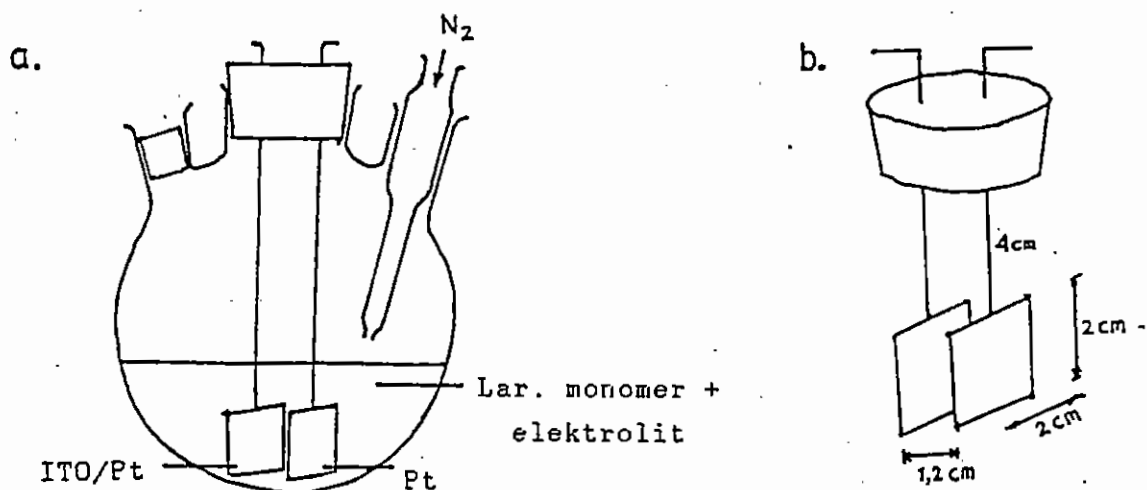
Gambar 2. Mekanisme polimerisasi elektrokimia pirrol.

Dalam proses polimerisasi pirrol dengan metode elektrokimia, monomer pirrol terpolimerisasi dan teroksidasi secara simultan dengan tiga atau empat cincin pirrol membawa satu muatan positif (Samuelson, 1986), yang dinetralisasi dengan penggabungan anion

kedalam pembentukan polipirrol.

III. EKSPERIMEN

Eksperimen sintesis film polipirrol ini menggunakan monomer pirrol (Fluka, p.a), pelarut asetonitril (Merck, p.a), dan elektrolit Tetraetilamoonium tetrafloroborate (Et_4NBF_4) (Fluka). Sel elektrokimia yang digunakan (gambar 3) adalah labu leher tiga, dengan elektroda platina dan ITO (Indium Tin Oxide), serta suhu sintesis yang konstan. Gas nitrogen dialirkan kedalam sel untuk menghindari kontaminasi oksigen dalam pembentukan polipirrol.



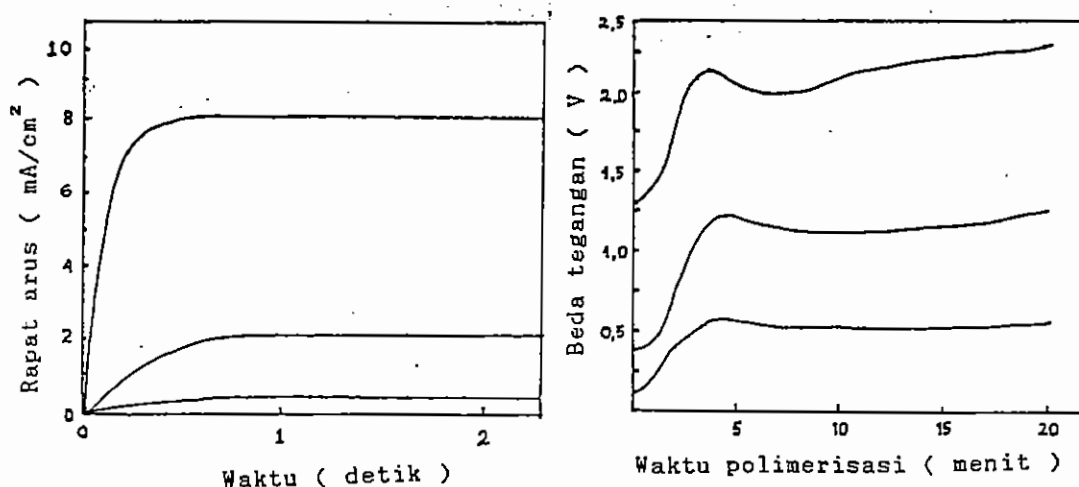
Gambar 3. Sel elektrokimia (a) dan elektroda (b).

Eksperimen ini dilakukan pada larutan 0,1 M pirrol dan 0,08 M Et_4NBF_4 dengan rapat arus yang konstan : $0,5 \text{ mA/cm}^2 - 8,0 \text{ mA/cm}^2$ menggunakan Potensiogalvanostatik (Hakuto Denko, HA501). Proses polimerisasi dilakukan selama 20 menit pada suhu 25°C .

IV. HASIL-HASIL

Hasil sintesa polimerisasi pirrol dengan menggunakan metode galvanostatik ini adalah film polipirrol yang lepas (free standing films) yang berwarna biru gelap dan rapuh. Kurva tiga rapat arus

pada polimerisasi galvanostatik sebagai fungsi waktu (gambar 4a), yaitu rapat arus terendah $0,5 \text{ mA/cm}^2$, rapat arus 2 mA/cm^2 dan rapat arus tertinggi $8,0 \text{ mA/cm}^2$ yang memerlukan waktu kira-kira 0,2 detik hingga 0,4 detik untuk mencapai harga yang konstan. Beda potensial antara kedua elektroda berangsur-angsur naik (gambar 4b) akibat berkurangnya jumlah anion dalam larutan yang ikut bergabung dalam pembentukan polipirrol.



Gambar 4. Karakteristik arus (a) dan beda tegangan (b)

Ketebalan film polipirrol diukur dengan mikroskop (Shimadzu, M86512, perbesaran 100 kali). Ketebalan film diperoleh antara $2,6 \mu\text{m}$ sampai $40,5 \mu\text{m}$, dengan ketebalan yang bertambah secara linier terhadap pertambahan rapat arus polimerisasi.

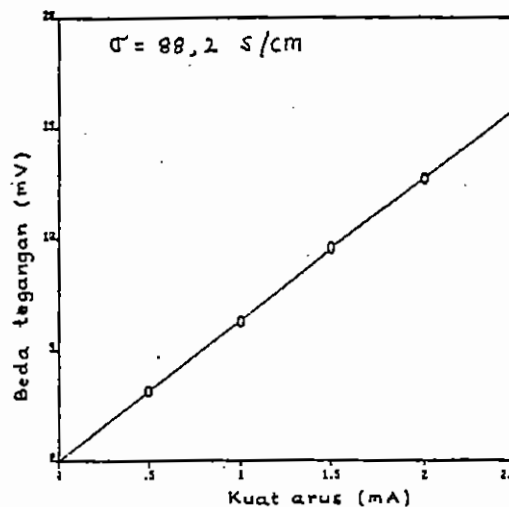
Konduktivitas listrik dc, σ_{dc} diukur dengan menggunakan metode empat probe yang dihitung menggunakan

$$\sigma_{dc} = \frac{I}{V} \frac{d}{l t}$$

dengan I arus yang dialirkan, V adalah beda potensial antara dua

probe dalam, d jarak antar probe, l dan t masing-masing lebar dan ketebalan film. Konduktivitas film polipirrol diperoleh antara 46,7 S/cm sampai 88,2 S/cm, dengan konduktivitas maksimum diperoleh pada rapat arus polimerisasi sekitar 2 mA/cm².

Pengukuran konduktivitas tersebut pada suhu kamar dengan arus 0,5 mA sampai 2,5 mA menunjukkan bahwa film polipirrol bersifat ohmik (gambar 5).



Gambar 5. Karakteristik ohmik film polipirrol.

V. KESIMPULAN

Dalam eksperimen ini telah dilakukan polimerisasi pirrol menggunakan metode galvanostatik dengan pelarut asetonitril dan elektrolit Et₄NBF₄.

Film polipirrol yang dihasilkan dengan metode ini bersifat ohmik dan memberikan konduktivitas maksimum sebesar 88,2 S/cm dengan ketebalan 11,1 μm, yang disintesa dengan rapat arus sekitar 2 mA/cm².

UCAPAN TERIMA KASIH

Penulis mengucapkan terima kasih yang tulus kepada Bapak M.O Tjia atas arahan dan sarannya, dan Bapak R. Sudirman atas diskusinya.

DAFTAR PUSTAKA

- Dall'Olio et.al op. cit Street G.B, dalam "Handbook of Conducting Polymers" Skotheim T.A (ed), Marcell Dekker, N.Y, 1986.
- Deronzier A, Moutet J.C, 1989, Acc. Chem. Res. 22, 249.
- Diaz A.F, Kanazawa K.K, Gardini G.P, 1979, JCS Chem. Comm., 635
- Ford W.K, Duke C.B, Salaneck W.R, 1982, J. Chem. Phys. 77, 5030
- Naarman H, dalam "Science and Application of Conducting Polymers" Salaneck W.R (ed) Adam Hilger, Bristol, 1991.
- Roth S, dalam "Science and Application of Conducting Polymers" Salaneck W.R (ed) Adam Hilger, Bristol, 1991.
- Samuelson L.A, Druy M.A, 1986, Macromolecules 19, 824.